

DESCRIP : PATENT

TITLE : Ozone resistant silicone gel compsn. used as filling or sealing material of electric or electronic devices - contg. two different organo-polysiloxide(s), hydrosilation catalyst and organo-polysiloxane having cpds

ASSIGNEE : DOW CORNING TORAY SILICONE

PACODE : DOWO

ACCNNO : 341565

DATE : 19940614

ABSTRACT : < BASIC> JP 06166822 A The compsn. comprises (A) 100 pts. wt. of an organopolysiloxane having at least two alkenyl gps. bonded to Si atom in the mol. and viscosity of 50-100,000 cPs at 25 deg.C, (B) an organopolysiloxane having at least two H atoms bonded to Si atom in the mol. and viscosity of 1-100,000 cPs at 25 deg.C in an amt. such that the ratio of mols. of alkenyl gps. bonded to Si atom in (A) and H atoms bonded to Si atom in (B) is 1 : 0.8 to 1 : 1.2; (C) catalytic amt. of a hydrosilating catalyst, and (D) 0.01-30 pts. wt. of an organopolysiloxane having aryl gp. bonded to Si atom and having neither alkenyl gp. bonded to Si atom nor H atoms bonded to Si atom in the mol. and viscosity of 1-100,000 cPs at 25 deg.C. The content of the aryl gp. bonded to Si atom in the (D) is pref. 0.5-40 mol.% w.r.t. the total organic gps. bonded to Si atom in (D). USE/ADVANTAGE - The compsn. is rapidly cured at room temp. or by heating to produce a silicone gel with improved ozone resistivity. The gel is pref. used as sealing or filling material of electric or electronic devices. Dwg.0/0

COPYRIGHT: FOR INTERNAL USE ONLY - PORTIONS COPYRIGHT BY DERWENT INFORMATION LIMITED - 1994

PNBASIC : J06166822

PRIORNO : J92306468

DATEPR : 19921020

EQUIVDOC : J06166822 J92306468 JPAT

SUBJECTP : RTV; Hydrosilation; Cure; Catalyst; Catalyst

LANGUAGE: JAPANESE

TYPE: PTNT

IPCODE : C08L-083/05; C08L-083/07

DPCODE : A26; L03; U11; V04; X12; A85

MANUAL : A06-A00B; A08-C03; A08-C08; A08-D01; A08-D05; A09-A; A11-C02; A12-E04; L04-C20A; U11-A07; V04-S01A; V04-S02A; X12-E02B

YEAR : 1994

YEARPR : 1992

COMMENT : 94-230754/28 < XRAM> C94-105190 < XRPX> N94-1823

RDATEMD : Aug 26, 1999

RDATENT : Sep 17, 1994

SECCODE : 0

UPDATER : DMPROD

DESCRIP : PATENT
TITLE : Silicone rubber compsn. for durable gasket - contains polysiloxane c ntg. alkenyl gps.,
organo-hydrogen polysiloxane, platinum catalyst and e.g. organo-polysil xan oil
INVENT : AKIMOTO, H.; NAKAMURA, A.
ASSIGNEE : DOW CORNING TORAY SILICONE
PACODE : DOWO
ACCNNO : 298229
DATE : 19930114
ABSTRACT : < BASIC> JP 05005064 A Compsn. consists of 100 pts. wt. of (A) organopolysiloxane
with 2 Si atom bonded alkenyl gps. in a molecule, (B) organo hydrogen polysiloxane with
at least 2 Si atom bonded hydrogen atom in a molecule with the ratio of the mol
number of Si atom bonded hydrogen atom to mol number of Si atom bonded alkenyl gp.
being (0.5 : 1)-(20 : 1), 0.1-500 pts. wt. based on Pt metal per 1,000,000 pts. wt. of (A) +
(B) of (C) pt. type catalyst and 1-80 pts. wt. of (D) organo-polysiloxane oil with no
aliphatic unsatd. bond and Si atom bonded hydrogen atom in the molecule or
hydrocarbon oil with no aliphatic unsatd. bond. Pref. organo-polysiloxane oil has
viscosity of 1-200,000 cps. at 25 deg. C. The organopolysiloxane oil is dimethyl
polysiloxane oil. The gasket is a locker cover gasket, oilpan packing, oil-filter sealing,
cylinder liner packing, oil filter sealing, etc. USE/ADVANTAGE - The silicone rubber
compsn. is used for gasket used in contact with mineral oil based lubricant, because it
shows good durability to mineral oil based lubricant. Dwg.0/0 J91183123-English
translation available
COPYRIGHT: FOR INTERNAL USE ONLY - PORTIONS COPYRIGHT BY DERWENT
INTERNATIONAL LIMITED - 1993
PRDOCNO : TSL739
PNBASIC : J05005064
PRIORNO : J91183123
DATEPR : 19910627
EQUIVDOC : J02681554 CA2071788 J05005064 J91183123 JPAT
SUBJECTP : Si-Rubber; Platinum; Pt Catalysts; Heterogeneous catalysts; Catalyst; Catalyst
LANGUAGE: JAPANESE
TYPE: PTNT
LITCODE : 87.JP
IPCODE : C08L-083/07; C08K-005/01; C08L-083/05; C09K-003/10; C08L-083/07; C08L-
083/04; C08L-083/05
DPCODE : A26; A88
MANUAL : A06-A00E2; A07-A03; A10-E13; A12-H08
YEAR : 1993
YEARPR : 1991
COMMENT : 93-055254/07 < RELATED> 97-328575 < XRAM> C93-024891
RDATEMD : Aug 13, 1999
RDATENT : Jun 06, 1993
SECCODE : 0

⑯ 公開特許公報 (A)

昭58—163652

① Int. Cl.³

B 32 B 27/00

C 09 D 3/82

C 09 K 3/00

// H 01 B 3/46

H 01 L 21/31

識別記号

1 0 1

庁内整理番号

6921—4 F

6516—4 J

7419—4 H

8222—5 E

7739—5 F

⑮ 公開 昭和58年(1983)9月23日

発明の数 2

審査請求 未請求

(全 6 頁)

⑯ 連続的な異相構造を有するシリコン 1 体成形物、およびその製造方法

⑰ 特 願 昭57—47644

⑱ 出 願 昭57(1982)3月25日

⑲ 発 明 者 峰勝利

市原市青葉台 7—20—2

⑳ 発 明 者 鈴木俊夫

市原市有秋台西 1—6

㉑ 発 明 者 花田恒雄

市原市青葉台 5—12—9

㉒ 出 願 人 トーレ・シリコンーン株式会社

東京都中央区日本橋室町 2 丁目

8 番地

明 細 書

1. 発明の名称

連続的な異相構造を有するシリコン 1 体成形物、およびその製造方法

2. 特許請求の範囲

1. (イ) 1 分子中にケイ素原子に結合した少なくとも 2

個の低級アルケニル基を有するオルガノポリシロキサン、

(ロ) 1 分子中にケイ素原子に結合した少なくとも 2 個の水素原子を有するオルガノポリシロキサン〔但し

(イ) 成分 1 分子中のケイ素原子に結合した低級アルケニル基と、(ロ) 成分 1 分子中のケイ素原子に結合した水素原子の合計が少なくとも 5 個である。〕、

(ハ) 付加反応触媒

を主成分として成る付加反応硬化性オルガノポリシロキサン組成物により被覆された物品において、付加反応硬化性オルガノポリシロキサン組成物層が硬化度合の相対的に低いオルガノポリシロキサン層と、硬化度合の相対的に高いオルガノポリシロキサン層とから成り、硬化度合の相対的に低い

層の方が、該物品に近い位置にあることを特徴とする連続的な異相構造を有するシリコン 1 体成形物。

2. (イ) 1 分子中にケイ素原子に結合した少なくとも 2 個の低級アルケニル基を有するオルガノポリシロキサン、

(ロ) 1 分子中にケイ素原子に結合した少なくとも 2 個の水素原子を有するオルガノポリシロキサン〔但し (イ) 成分 1 分子中のケイ素原子に結合した低級アルケニル基と、(ロ) 成分 1 分子中のケイ素原子に結合した水素原子の合計が少なくとも 5 個である。〕、

(ハ) 付加反応触媒

を主成分として成る付加反応硬化性オルガノポリシロキサン組成物により物品を被覆する方法において、上記(イ)、(ロ)、(ハ)の成分の内少なくともその 1 成分を物品に付与したのち、(イ)、(ロ)、(ハ)の残り成分を必ず含み、しかも(イ)、(ロ)、(ハ)の全成分を同時に含まない成分を付与することによって、付加反応硬化性オルガノポリシロキサン組成物層が硬化度合の相対的に低いオルガノポリシロキサン層と、硬化度合の相対的に高いオ

くなることは、さけるべきである。付与、拡散させる層に用いられる成分の歪正分子量は、既形成層の架橋度や既形成層と付与拡散成分の親和性や拡散硬化条件によって異なるため、一概に定められないが、いずれにしても付与拡散成分が拡散硬化後も、そのまま既形成層上に独自の相当程度の厚みの層をなして、未硬化のまま残存するような状態は避けるようにすべきである。

以上のようにして製造された連続的な異相構造を有するシリコーン1体成形物の、後に述べるシリコーンの硬化形態について説明すると、液状シリコーンとは実質的に3次元網目構造を有しているものも含め、本質的に流動性を有する通常は100cp以上、好ましくは1000cp以上のポリシロキサンを示す。また、ゲル状シリコーンとは部分的に3次元網目構造を有し、応力によって変形および限定的流動性を示す状態を示し、かつ、大体の目安としてJISゴム硬度計において硬さ“0”以下の硬度を有する成形物を示す。エラストマー状シリコーンとは、実質的に3次元網目構造を有し、かつ、大体の目安としてJISゴム硬度計において硬さ“0”より多い数から100°の範囲の硬度を示す成形物を示す。さらに、高硬度レジン状シリコーンとは、実質的に3次元網目構造を有し、かつ、大体の目安としてJISゴム硬度計において硬さ“100”以上の硬度を示す成形物を示す。

グナイター、レギュレーター等の高圧回路の充填、含浸、コーティング材、半導体素子、ボンディングワイヤ、太陽電池等の表面保護材料、電線、ケーブル類の絶縁保護材料、光ファイバーの保護材料、装飾器具等の保護材料としてきわめて有用である。

次に実施例を述べるが、単に説明のためのものであり本発明を制限するものではない。

以下の実施例中で部および%とあるのは重量部、および重量%を示す。特にことわらない限り、粘度はすべて25℃での測定値を示す。また、化学式中Meはメチル基、Viはビニル基、φはフェニル基を示す。

実施例1

粘度2000cpの両末端ジメチルビニルシリル基封鎖のジメチルポリシロキサン99.5部と粘度10cpの両末端トリメチルシリル基封鎖のメチル水素ポリシロキサン(MHPと称す)0.5部と、硬化遅延剤としてのエチニルヘキサノール0.05部と、塩化白金酸のエタノール溶液を白金量として上記ポリシロキサンの合計量に対して10ppm添加して、よく混合した。この混合物を、イグナイタケース(PET製)に厚さ5mmまで充填して、ついでこれをオープン中に置き、120℃で30分間加熱して硬化させた。硬化物表面はゲル状

さ“100”以上の硬度を示す成形物を示す。

本発明で記述している連続的な異相構造を有するシリコーン1体化成形物とは、上述したシリコーンの硬化形態において、いずれの組合せであってもよく、シリコーン1体化成形物において相対的比較において連続的な異相構造を形成させることを示している。また、物品に近い例が、相対的に硬化度の低い層を示す。例えば、ゲル状-液状シリコーン成形物、エラストマー状-液状シリコーン成形物、エラストマー状-ゲル状シリコーン成形物、高硬度レジン状-ゲル状シリコーン成形物、高硬度レジン状-エラストマー状シリコーン成形物、エラストマー状-ゲル状-液状シリコーン成形物、高硬度レジン-エラストマー状-ゲル状シリコーン成形物等無数の組合せが存在しうる。特に、シリコーン1体化成形物の硬化形態を限定するものではない。

本発明によって、機械的、熱的衝撃に弱い物品を相対的に硬化度の高い高硬度、高強度、非粘着性表面層と、相対的に硬化度の低い低硬度、粘着性である応力緩和層を1体成形物で被覆することが可能となったため、従来の機械的保護層と、応力緩和層を別個の材料で2層コートする必要がなくなった。この結果、従来2層コートもしくは、ケース等を使用していた電気電子部品、例えばフライバックトランス、イ

であった。次に、硬化物を室温に戻してから硬化物の表面積5cm²に対して0.1g量のMHPをスポンジに含浸させて塗付した。塗付後、オープンに置き80℃で20分間放置後、室温まで冷却した。

硬化物表面は、MHP未処理品の場合は粘着性ゲル状表面であったが、MHP処理品の表面は非粘着性表面であり、アセンブリー工程での取扱いが非常に簡便になった。

実施例2

MeViSiO単位が20モル%で残りの単位がφSiO₃/2単位、MeSiO₃/2、Me₂SiO単位およびMe₃SiO₁/2単位であり、粘度が10000cpのオルガノポリシロキサン97部と、粘度20cpの両末端トリメチルシリル基封鎖のメチル水素ポリシロキサン(MHPと称す)3部と、硬化遅延剤としてのエチニルヘキサノール0.05部と、塩化白金酸のエタノール溶液を白金量として上記ポリシロキサンの合計量に対して15ppm添加して、よく混合した。この混合物を、ハイブリッドICのトランジスタに塗布してから、ついでこれをオープン中に置き150℃で30分間加熱して硬化させた。硬化物をオープンから取り出して、室温に戻した。硬化物表面は、ゲル状であった。次にゲル硬化物の表面積5cm²に対して0.5g量のMHPを注射器で滴下してから、オープン中

(ロ) 液状もしくはゲル状、エラストマー状硬化物を、

他の高硬度有機材料で保護層を設け、ゴミの付着防止、機械的保護を行なう方法。

(ハ) 特公昭56・20909号公報の第3欄35~39行に言及されているように、既硬化物であるゲル状、エラストマー状硬化物より相対的に高硬度のシリコーン樹脂保護層を第2層として設け、ゴミの付着を減少させ、機械的保護を行なう方法が一般的である。

しかしながら、前記の(イ)の方法は工程数が増加すること、形状が限定されること、材料費が増すことが問題である。また、(ロ)の方法は、層間接着力が不十分なために、層間剥離が発生しやすいこと、工程数が増加すること、材料費が増すことが問題である。(ハ)の方法は、(ロ)と同様に層間剥離が発生しやすいこと、膜厚のコントロールなどの工程管理が煩雑であること、特に最終硬化物が厚く薄い場合、例えば数十 μ m以下の場合には膜厚コントロールが困難であること等が問題である。

本発明の目的は、物品をケイ素原子に結合した低級アルケニル基とケイ素原子に結合した水素原子との付加反応によって硬化するオルガノポリシロキサン組成物によって被覆された1体成形物、および製造方法において、前

述したような硬化物表面のゴミの付着性、機械的強度、被覆作業性等の欠点を改良された物品、および改良された製造方法を開発するために鋭意検討した結果、硬化物表面は、ゴミ付着防止、機械的保護効果にすぐれた相対的に硬化度の高い層と、硬化物内部は、応力緩和効果にすぐれた相対的に硬化度の低い層を、1体成形物に連続して有する付加反応硬化性オルガノポリシロキサンで被覆された物品、およびその製造方法を提供することが可能となった。

即ち、本発明は、

1. (イ) 1分子中にケイ素原子に結合した少なくとも2個の低級アルケニル基を有するオルガノポリシロキサン、
- (ロ) 1分子中にケイ素原子に結合した少なくとも2個の水素原子を有するオルガノポリシロキサン[但し(イ)成分1分子中のケイ素原子に結合した低級アルケニル基と、(ロ)成分1分子中のケイ素原子に結合した水素原子の合計が少なくとも5個である。]、
- (ハ) 付加反応触媒

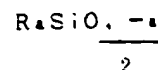
を主成分として成る付加反応硬化性オルガノポリシロキサン組成物により被覆された物品において、

付加反応硬化性オルガノポリシロキサン組成物層が硬化度の相対的に低いオルガノポリシロキサン層と、硬化度の相対的に高いオルガノポリシロキサン層とから成り、硬化度の相対的に低い層の方が、該物品に近い位置にあることを特徴とする連続的な異相構造を有するシリコーン1体成形物に関するものである。また、

2. (イ) 1分子中にケイ素原子に結合した少なくとも2個の低級アルケニル基を有するオルガノポリシロキサン、
 - (ロ) 1分子中にケイ素原子に結合した少なくとも2個の水素原子を有するオルガノポリシロキサン[但し(イ)成分1分子中のケイ素原子に結合した低級アルケニル基と、(ロ)成分1分子中のケイ素原子に結合した水素原子の合計が少なくとも5個である。]、
 - (ハ) 付加反応触媒
- を主成分として成る付加反応硬化性オルガノポリシロキサン組成物により物品を被覆する方法において、上記(イ)、(ロ)、(ハ)の成分の内少なくともその1成分を物品に付与したのち、(イ)、(ロ)、(ハ)の残り成分を必ず含み、しかも(イ)、(ロ)、(ハ)

の全成分を同時に含まない成分を付与拉致することによって、付加反応硬化性オルガノポリシロキサン組成物層が硬化度の相対的に低いオルガノポリシロキサン層と、硬化度の相対的に高いオルガノポリシロキサン層とから成り、硬化度の相対的に低い層の方が、該物品に近い位置になるように形成せしめたことを特徴とする連続的な異相構造を有するシリコーン1体成形物の製造方法を提供するものである。

成分(イ)のケイ素原子に結合した低級アルケニル基を少なくとも2個有するオルガノポリシロキサンは平均単位式



[式中~~は4以上の整数~~、 a は1~3、Rはそのうち少なくとも2個が低級アルケニル基であり、残りが不飽和脂肪族基を含まない非置換または置換炭化水素基または水酸基である]で表わされ、形状としては単状、分岐した線状、環状、網状、三次元体のいずれであってもよく、また単一重合体、共重合体のいずれであってもよく、重合度としては数重合体から1,000~100,000重合体のような高重合体のものまで包含しうる。